

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-236462

(43)Date of publication of application : 13.09.1996

(51)Int.Cl.

H01L 21/205  
C23C 16/02  
C30B 29/06  
C30B 33/12  
H01L 21/3065

(21)Application number : 07-066883

(71)Applicant : SHIN ETSU HANDOTAI CO LTD

(22)Date of filing : 01.03.1995

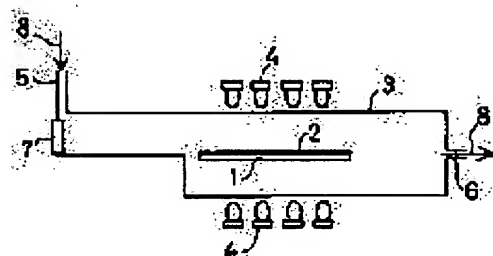
(72)Inventor : HABUKA HITOSHI  
TATE NAOTO  
MAYUZUMI MASANORI  
TSUNODA HITOSHI  
KATAYAMA MASAYASU

## (54) VAPOR GROWTH METHOD

### (57)Abstract:

**PURPOSE:** To surely manufacture an epitaxial wafer having a flat surface which is free from micro-roughness by raising the temperature of a single-crystal silicon substrate in an inert gas atmosphere and etching off a natural oxide film formed on the surface of the substrate with a hydrogen gas before starting vapor growth.

**CONSTITUTION:** After a substrate 1 is carried in a reaction vessel 3, the temperature in the vessel 3 is immediately raised in an argon-gas atmosphere until each temperature condition is met. When each temperature condition is met, the atmosphere is replaced with a hydrogen-gas atmosphere. Then, after a natural oxide film formed on the surface of the substrate 1 is completely removed by maintaining the substrate 1 for two minutes at 100°C in the hydrogen-gas atmosphere, a thin film 2 having a thickness of about 6μm is grown on the surface of the substrate 1 within two minutes at a growing temperature of 1,100°C by using trichlorosilan as gaseous material. When the inside of the vessel 3 is changed to the hydrogen-gas atmosphere at 1,000°C and 1,100°C, such a state that the surface of the substrate 1 is etched is hardly observed.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 26.09.1997

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 03.04.2001

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

\* NOTICES \*

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

---

CLAIMS

---

[Claim(s)]

[Claim 1] The vapor growth approach characterized by having the process which carries out the temperature up of said silicon single crystal substrate within an inert gas ambient atmosphere, and the process which carries out etching removal of the natural oxidation film formed on the front face of said silicon single crystal substrate with hydrogen gas in front of vapor growth in the approach of carrying out vapor growth of the silicon single crystal thin film on the main front face of a silicon single crystal substrate.

[Claim 2] The process which carries out a temperature up within said inert gas ambient atmosphere is the vapor growth approach according to claim 1 characterized by being continued to the temperature suitable for carrying out etching removal of the natural oxidation film formed on the front face of said silicon single crystal substrate with hydrogen gas.

[Claim 3] The process which carries out a temperature up within said inert gas ambient atmosphere is the vapor growth approach according to claim 1 or 2 characterized by being started from the temperature of less than 800 degrees C.

[Claim 4] The temperature suitable for carrying out etching removal of said natural oxidation film with hydrogen gas is the vapor growth approach according to claim 2 characterized by being the temperature from which the etch rate to the natural oxidation film by hydrogen gas becomes 1/10 or more [ to a silicon single crystal / of an etch rate ].

[Claim 5] The temperature suitable for carrying out etching removal of said natural oxidation film with hydrogen gas is the vapor growth approach according to claim 2 or 4 characterized by 950-degree-C or more being 1190 degrees C or less.

[Claim 6] The vapor growth approach according to claim 1, 2, or 3 characterized by using the rare gas which chose as arbitration and was prepared as said inert gas from any one sort of helium, neon, an argon, a krypton, and the xenon, or these.

---

[Translation done.]

**\* NOTICES \***

**JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.**

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

**DETAILED DESCRIPTION**

---

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Industrial Application] This invention relates to the approach of carrying out vapor growth of the silicon single crystal thin film on a silicon single crystal substrate. It is related with the ambient atmosphere before carrying out vapor growth of the silicon single crystal thin film in more detail.

[0002]

[Description of the Prior Art] When carrying out vapor growth of the silicon single crystal thin film on a silicon single crystal substrate conventionally, the temperature up of said substrate was performed in the hydrogen gas ambient atmosphere. For example, when a silicon single crystal substrate is carried in in the reaction container near 900 degree C, as temperature shows this silicon single crystal substrate to drawing 6 from the plenum chamber beforehand permuted by nitrogen-gas-atmosphere mind from the air ambient atmosphere, it is heated within a hydrogen gas ambient atmosphere, and a temperature up is carried out even to desired etching temperature.

[0003] Next, hydrogen chloride gas is introduced in a reaction container, the main front face of said silicon single crystal substrate is etched, material gas is introduced further, and vapor growth of the silicon single crystal thin film of request thickness is carried out. After vapor growth termination stops heating, cools the inside of said reaction container, and takes out the substrate (henceforth "EPIWEHA") to which vapor growth of the silicon single crystal thin film was carried out from said reaction container.

[0004]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] However, by such conventional approach, minute irregularity called micro roughness might be formed over the range where an EPIWEHA front face is large. Since light reflected irregularly, and it has bloomed cloudy with the field in which micro roughness was formed white and is visible when condensing is irradiated on said EPIWEHA front face in a dark room, this is called "cloudiness" or "Hayes." As for an EPIWEHA front face, it is desirable that it is a flat thing without micro roughness.

[0005] Moreover, if hydrogen chloride gas is used for etching on the front face of main of a silicon single crystal substrate, problems which are not desirable to manufacture of EPIWEHA, such as carrying out metal contamination of the silicon single crystal substrate, since the metal pollutant which etched and produced the inside of a storage tank, a charging line, and a fission reactor etc. is contained, or the hydrogen chloride gas which remains at the time of the vapor growth of a silicon single crystal thin film etching the main front face of a silicon single crystal substrate, and increasing the amount of auto dopes, will generate this hydrogen chloride gas.

[0006] This invention is made in view of the above-mentioned point, and the purpose is to offer the vapor growth approach using the etching approach of the silicon single crystal substrate which replaces hydrogen chloride gas at the same time it offers the vapor growth approach that EPIWEHA of a flat surface state without micro roughness can be manufactured certainly.

[0007]

[Means for Solving the Problem] The growth approach of this invention has the process which carries out the temperature up of said silicon single crystal substrate within an inert gas ambient atmosphere, and the process which carries out etching removal of the natural oxidation film formed on the front face of said silicon single crystal substrate with hydrogen gas in front of vapor growth in the approach of carrying out vapor growth of the silicon single crystal thin film on the main front face of a silicon single crystal substrate.

[0008] It is continued to the temperature suitable for carrying out etching removal of the natural oxidation

film formed on the front face of said silicon single crystal substrate with hydrogen gas, and the process which carries out a temperature up within said inert gas ambient atmosphere is preferably started from the temperature of less than 800 degrees C.

[0009] Moreover, as for the temperature suitable for carrying out etching removal of said natural oxidation film with hydrogen gas, it is desirable that it is the temperature from which the etch rate to the natural oxidation film by hydrogen gas becomes 1/10 or more [ to a silicon single crystal / of an etch rate ], and the temperature is 950 degrees C or more 1190 degrees C or less.

[0010] It is desirable to use the rare gas which chose as arbitration and was prepared as said inert gas, for example from any one sort of helium, neon, an argon, a krypton, and the xenon or these.

[0011]

[Function] When this invention person investigates the cause of generating of micro roughness, a silicon single crystal substrate within a hydrogen gas ambient atmosphere The inside of a temperature up, In case etching removal of the natural oxidation film (SiO<sub>2</sub>) with a thickness of about 1.5nm formed on the front face of this silicon single crystal substrate is carried out with hydrogen gas Since the front face of the silicon single crystal substrate 11 begins to be etched with hydrogen gas one by one from the part 13 from which local nonuniformity occurred in etching as shown in drawing 7 (b), and the natural oxidation film 12 was removed completely It turned out that the part deeply etched with hydrogen gas and the part etched shallowly arise, consequently irregularity 14 is formed on the front face of the silicon single crystal substrate 11.

[0012] Even if hydrogen chloride gas is not used for the natural oxidation film 12, if heated within a hydrogen ambient atmosphere by 800 degrees C or more of abbreviation, it will be etched by hydrogen. However, in the temperature 800 degrees C thru/or near 900 degree C, the natural oxidation film 12 is not necessarily removed by coincidence all over the silicon single crystal substrate 11, etching of the natural oxidation film 12 advances early comparatively, and the part which the front face of a silicon single crystal 11 exposes immediately, and the part which is not so live together.

[0013] By the way, the etching capacity of the hydrogen in near 900 degree C is about 0.7 nm/min to a silicon single crystal substrate, and is about 0.05 nm/min to the natural oxidation film. That is, the etch rate of the silicon single crystal substrate by hydrogen is about 14 times the etch rate of the natural oxidation film. Since that part will be etched with an etch rate about 14 times the speed of to the natural oxidation film 12 at this time if the front face of a silicon single crystal 11 carries out end exposure, irregularity 14 is formed in the form where the slight etching nonuniformity of the natural oxidation film 12 was amplified. And this irregularity 14 causes [ of micro roughness ] generating.

[0014] That is, since the time amount which the etching nonuniformity of hydrogen to the natural oxidation film is easy to be amplified on a substrate front face and which is held at the temperature near 900 degree C at the time of temperature up initiation became long inevitably, for example at the temperature near 900 degree C like before when the silicon single crystal substrate was carried in to the reaction container of a hydrogen ambient atmosphere, generating of micro roughness was not able to be controlled certainly.

[0015] On the other hand, near 1100 degree C, the etching capacity of hydrogen over the natural oxidation film becomes about 1 about 20 times [ near 900 degree C ] as many nm/min as this, and it becomes almost equal also to the etch rate to a silicon single crystal substrate.

[0016] Then, 800 degrees C thru/or near 900 degree C, the temperature up of the silicon single crystal substrate is carried out within an inert gas ambient atmosphere, the natural oxidation film is made not to be removed, hydrogen gas is introduced the temperature suitable for carrying out etching removal of the natural oxidation film formed on the front face of said silicon single crystal substrate with hydrogen gas, for example, near 1100 degree C, for the first time, and hydrogen gas is contacted to a silicon single crystal substrate. Then, the natural oxidation film of a silicon single crystal substrate main front face is removed on the whole surface for a short time. Near 1100 degree C, it is possible for the etching nonuniformity to the natural oxidation film not to be amplified on a substrate front face, as it shows drawing 7 (a) with the natural oxidation film and a silicon single crystal substrate, since the etching capacity of hydrogen gas is almost equal, but to control generating of micro roughness certainly.

[0017]

[Example] Hereafter, the example of this invention is explained, referring to a drawing.

Example 1 drawing 1 shows the production process of the silicon single crystal thin film by the vapor growth approach of this invention. Cold wall-type vapor growth equipment as shown in drawing 2 was used, and the front face of the silicon single crystal substrate 1 (henceforth "a substrate 1") was made to carry out vapor growth of the silicon single crystal thin film 2 (henceforth "a thin film 2") in this example.

[0018] Said vapor growth equipment is single-wafer-processing vapor growth equipment of the water flat tip which has the gas inlet 5, the gas exhaust 6, and the substrate conveyance opening 7 of the transparent reaction container 3 made from quartz glass, infrared-heating LGT 4 installed in the outside of this reaction container 3, and the gas 8 used for vapor growth, as shown in drawing 2.

[0019] In order to manufacture a thin film 2, a substrate 1 is first carried in in the reaction container 3 cooled by about 700 degrees C through the substrate conveyance opening 7 from the plenum chamber which nitrogen-gas-atmosphere mind does not illustrate, and a substrate 1 is horizontally laid in this reaction container 3. The inside of said reaction container 3 is beforehand permuted by argon gas, and it starts a temperature up at the same time said substrate 1 is laid in said reaction container 3.

[0020] In order not to spoil the surface state of a substrate 1 and a thin film 2, it is desirable to maintain the inside of said reaction container 3 at an argon gas ambient atmosphere until it carries out a temperature up near 1100 degree C. However, it is a problem to use expensive argon gas in large quantities compared with hydrogen gas in respect of cost.

[0021] Then, within the argon gas ambient atmosphere, in 900 degrees C, 1000 degrees C, and 1100 degrees C, the inside of said reaction container 3 was permuted by the hydrogen gas ambient atmosphere, the generating situation of micro roughness was compared in the temperature up, and temperature with required maintaining the inside of said reaction container 3 at an argon gas ambient atmosphere into a temperature up was searched for by experiment.

[0022] First, into said reaction container 3, the temperature up was immediately started after carrying-in termination, and the temperature up of the substrate 1 was carried out within the argon gas ambient atmosphere to each temperature conditions. Then, the inside of said reaction container 3 was permuted by the hydrogen gas ambient atmosphere. In this experiment, in order to grasp the generating condition of micro roughness correctly, the conditions which hold for 3 minutes on each temperature conditions, and micro roughness tends to generate were set up.

[0023] Next, after holding a substrate 1 for 2 minutes at 1100 degrees C within a hydrogen gas ambient atmosphere and removing the natural oxidation film completely, the thin film 2 with a thickness of about 6 micrometers was grown up by making trichlorosilane into material gas in growth temperature [ of 1100 degrees C ], and growth time amount 2 minutes.

[0024] The graph of drawing 3 thru/or drawing 5 observed the front face of the thin film 2 which grew as a result of this experiment with the atomic force microscope. when the inside of said reaction container 3 is permuted by the hydrogen gas ambient atmosphere at 900 degrees C, from the graph of drawing 3, until etching of the substrate 1 was carried out deeply, and it has been grasped from it that especially micro roughness is large. On the other hand, in 1000 degrees C and 1100 degrees C, as shown in drawing 4 and drawing 5, most signs that the front face of a substrate 1 was etched were not observed.

[0025] As a result of adding examination further based on this experimental result, when the inside of said reaction container 3 was permuted by the hydrogen gas ambient atmosphere at the temperature near [ 800 degrees-C or more ] 900 degree C, it turned out that micro roughness occurs. Moreover, when the temperature which changes to a hydrogen gas ambient atmosphere from an inert gas ambient atmosphere was 950 degrees C or more from which the etch rate to the natural oxidation film by hydrogen gas becomes 1/10 or more [ to a silicon single crystal / of an etch rate ], it turned out that generating of micro roughness is controlled certainly. However, if the temperature of a silicon single crystal substrate becomes higher than 1190 degrees C, since it will become so large that it becomes impossible to disregard the evil of an auto dope phenomenon, a slip, etc., it is not desirable.

[0026] In this example, although argon gas was used as inert gas, the rare gas which chose as arbitration and was prepared can be used from any one sort of helium, neon, a krypton, and the xenon, or these as inert gas. Moreover, although it is also possible to use nitrogen as inert gas, since a nitride is formed by high temperature, cautions are required.

[0027]

[Effect of the Invention] Since the temperature up of the silicon single crystal substrate is carried out within an inert gas ambient atmosphere 800 degrees C thru/or near 900 degree C by the above explanation according to the vapor growth approach of this invention so that clearly, and the natural oxidation film is made not to be etched into nonuniformity, EPIWEHA of a flat surface state without micro roughness can be manufactured certainly. Moreover, the problem of the metal contamination generated by using hydrogen chloride gas or an auto dope can also be controlled.

[Translation done.]

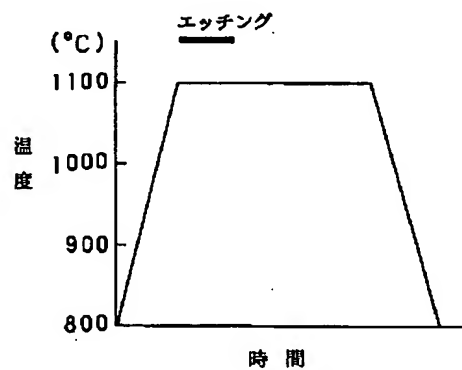
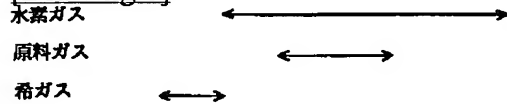
## \* NOTICES \*

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

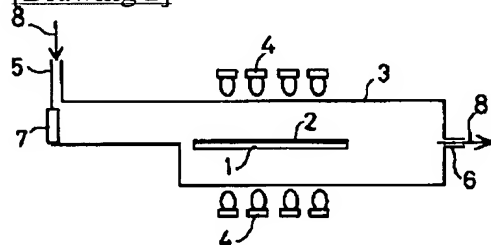
1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

## DRAWINGS

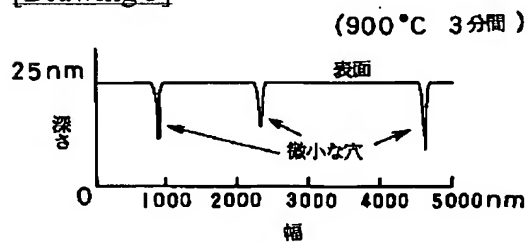
[Drawing 1]



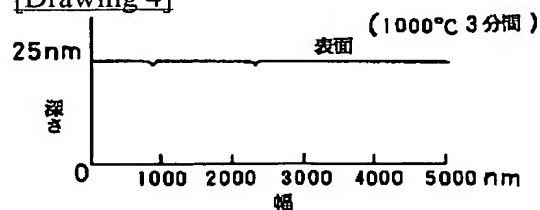
[Drawing 2]



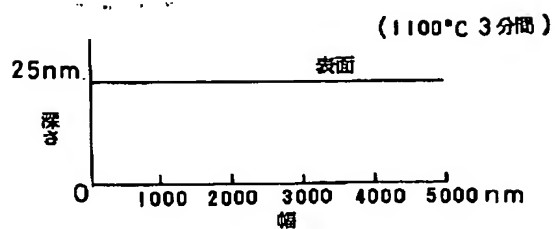
[Drawing 3]



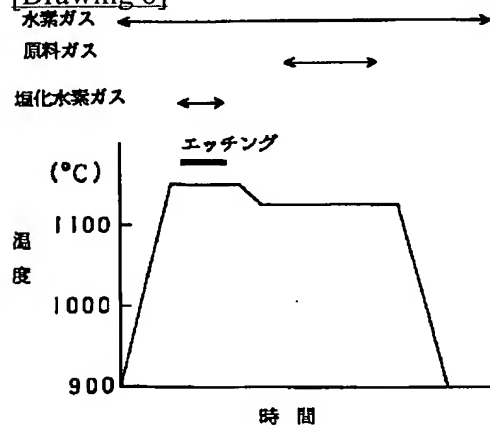
[Drawing 4]



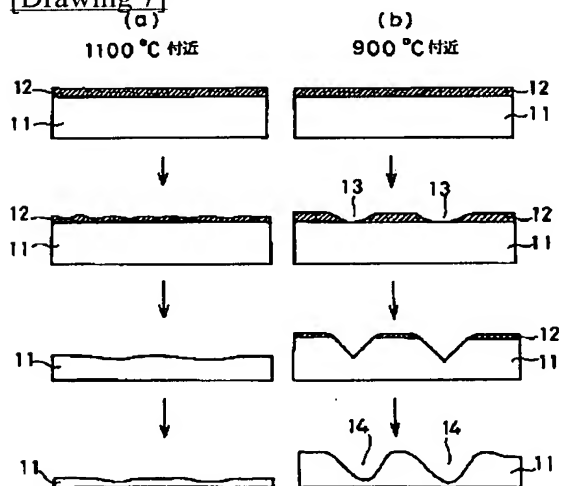
[Drawing 5]



[Drawing 6]



[Drawing 7]



[Translation done.]



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-236462

(43) 公開日 平成8年(1996)9月13日

(51) Int.Cl. <sup>8</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
H 0 1 L 21/205			H 0 1 L 21/205	
C 2 3 C 16/02			C 2 3 C 16/02	
C 3 0 B 29/06	5 0 4	7202-4G	C 3 0 B 29/06	5 0 4 F
		7202-4G	33/12	
H 0 1 L 21/3065			H 0 1 L 21/302	F
審査請求 未請求 請求項の数6 F D (全 5 頁)				

(21) 出願番号 特願平7-66883

(22) 出願日 平成7年(1995)3月1日

(71) 出願人 000190149

信越半導体株式会社

東京都千代田区丸の内1丁目4番2号

(72) 発明者 羽深 等

群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越半  
導体株式会社半導体磯部研究所内

(72) 発明者 楯 直人

群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越半  
導体株式会社半導体磯部研究所内

(72) 発明者 黛 雅典

群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越半  
導体株式会社半導体磯部研究所内

(74) 代理人 弁理士 館野 公一

最終頁に続く

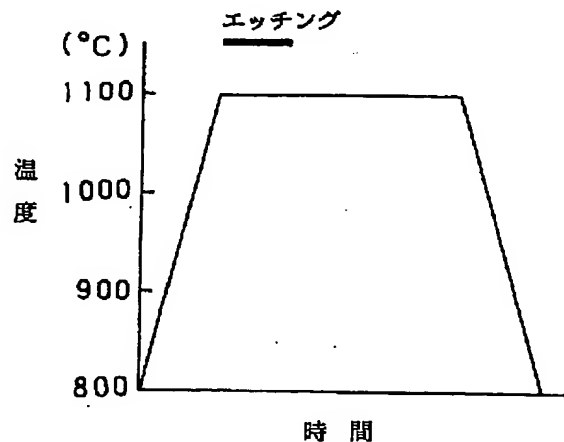
(54) 【発明の名称】 気相成長方法

(57) 【要約】

【目的】 マイクロラフネスを伴わない平坦な表面状態のエピウェーハを確実に製造することができる気相成長方法を提供する。

【構成】 シリコン単結晶基板を、好ましくは800℃未満の温度より不活性ガス雰囲気内で昇温する工程と、自然酸化膜を気相成長の前に950℃以上1190℃以下の水素ガス雰囲気内でエッチング除去する工程とを有する気相成長方法である。

水素ガス  $\longleftrightarrow$   
 原料ガス  $\longleftrightarrow$   
 希ガス  $\longleftrightarrow$



## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 シリコン単結晶基板の主表面上にシリコン単結晶薄膜を気相成長させる方法において、前記シリコン単結晶基板を不活性ガス雰囲気内で昇温する工程と、前記シリコン単結晶基板の表面上に形成された自然酸化膜を気相成長の前に水素ガスでエッチング除去する工程とを有することを特徴とする気相成長方法。

【請求項 2】 前記不活性ガス雰囲気内で昇温する工程は、前記シリコン単結晶基板の表面上に形成された自然酸化膜を水素ガスでエッチング除去するのに適した温度まで継続されることを特徴とする請求項 1 に記載の気相成長方法。

【請求項 3】 前記不活性ガス雰囲気内で昇温する工程は、800℃未満の温度より開始されることを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の気相成長方法。

【請求項 4】 前記自然酸化膜を水素ガスでエッチング除去するのに適した温度は、水素ガスによる自然酸化膜に対するエッチング速度がシリコン単結晶に対するエッチング速度の 1/10 以上となる温度であることを特徴とする請求項 2 に記載の気相成長方法。

【請求項 5】 前記自然酸化膜を水素ガスでエッチング除去するのに適した温度は、950℃以上 1190℃以下であることを特徴とする請求項 2 または 4 に記載の気相成長方法。

【請求項 6】 前記不活性ガスとしてヘリウム、ネオン、アルゴン、クリプトン、キセノンのいずれか一種又は、これらから任意に選んで調製した希ガスを使用することを特徴とする請求項 1、2 または 3 に記載の気相成長方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、シリコン単結晶基板上にシリコン単結晶薄膜を気相成長させる方法に関する。さらに詳しくは、シリコン単結晶薄膜を気相成長する前の雰囲気に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 従来、シリコン単結晶基板上にシリコン単結晶薄膜を気相成長させる際には、水素ガス雰囲気中で前記基板の昇温を行っていた。例えば、予め空気雰囲気から窒素雰囲気に置換された前室より温度が 900℃ 付近の反応容器内にシリコン単結晶基板が搬入されると、該シリコン単結晶基板は、図 6 に示すように、水素ガス雰囲気内で加熱されて所望のエッチング温度にまで昇温される。

【0003】 次に、反応容器内に塩化水素ガスを導入して前記シリコン単結晶基板の主表面をエッチングし、さらに原料ガスを導入して所望厚さのシリコン単結晶薄膜を気相成長させる。気相成長終了後は加熱を中止して前記反応容器内を冷却し、シリコン単結晶薄膜を気相成長させた基板（以下、「エピウェーハ」という。）を前記

反応容器から搬出する。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】 ところが、このような従来の方法では、エピウェーハ表面の広い範囲にわたってマイクロラフネスという微小な凹凸が形成されることがあった。暗室内で前記エピウェーハ表面に集光を照射すると、マイクロラフネスが形成された領域では光が乱反射して白く曇って見えるので、これを「曇り」または「ヘイズ」という。エピウェーハ表面は、マイクロラフネスを伴わない平坦なものであることが好ましい。

【0005】 また、シリコン単結晶基板の主表面のエッチングに塩化水素ガスを用いると、該塩化水素ガスは貯蔵タンク、供給配管、反応炉内などを食刻して生じた金属汚染物質を含有するのでシリコン単結晶基板を金属汚染させたり、シリコン単結晶薄膜の気相成長時に残存する塩化水素ガスがシリコン単結晶基板の主表面をエッチングしてオートドーブ量を増大させるなど、エピウェーハの製造に好ましくない問題が発生する。

【0006】 本発明は上記の点に鑑みてなされたものであり、その目的は、マイクロラフネスを伴わない平坦な表面状態のエピウェーハを確実に製造することができる気相成長方法を提供すると同時に、塩化水素ガスに代わるシリコン単結晶基板のエッチング方法を用いた気相成長方法を提供することにある。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】 本発明の成長方法は、シリコン単結晶基板の主表面上にシリコン単結晶薄膜を気相成長させる方法において、前記シリコン単結晶基板を不活性ガス雰囲気内で昇温する工程と、前記シリコン単結晶基板の表面上に形成された自然酸化膜を気相成長の前に水素ガスでエッチング除去する工程とを有するものである。

【0008】 前記不活性ガス雰囲気内で昇温する工程は、前記シリコン単結晶基板の表面上に形成された自然酸化膜を水素ガスでエッチング除去するのに適した温度まで継続され、好ましくは、800℃未満の温度より開始される。

【0009】 また、前記自然酸化膜を水素ガスでエッチング除去するのに適した温度は、水素ガスによる自然酸化膜に対するエッチング速度がシリコン単結晶に対するエッチング速度の 1/10 以上となる温度であることが好ましく、その温度は例えば、950℃以上 1190℃以下である。

【0010】 前記不活性ガスとしては、例えばヘリウム、ネオン、アルゴン、クリプトン、キセノンのいずれか一種又は、これらから任意に選んで調製した希ガスを使用することが好ましい。

## 【0011】

【作用】 本発明者がマイクロラフネスの発生原因を調査したところ、水素ガス雰囲気内でシリコン単結晶基板を

昇温中、該シリコン単結晶基板の表面上に形成された厚さ約 1.5 nm の自然酸化膜 ( $\text{SiO}_2$ ) が水素ガスでエッチング除去される際に、図 7 (b) に示すようにエッチングに局所的なムラが発生し、自然酸化膜 12 が完全に除去された部分 13 から順次シリコン単結晶基板 11 の表面が水素ガスでエッチングされ始める為に、水素ガスで深くエッチングされる部分と浅くエッチングされる部分が生じ、この結果、凹凸 14 がシリコン単結晶基板 11 の表面上に形成されることが判った。

【0012】自然酸化膜 12 は、塩化水素ガスを用いなくても、水素雰囲気内で略 800℃ 以上に加熱されると水素によりエッチングされる。しかし 800℃ ないし 900℃ 付近の温度においては、自然酸化膜 12 がシリコン単結晶基板 11 の全面で同時に除去されるわけではなく、自然酸化膜 12 のエッチングが比較的早く進行してシリコン単結晶 11 の表面がすぐに露出する部分とそうでない部分とが共存する。

【0013】ところで、900℃ 付近における水素のエッチング能力は、シリコン単結晶基板に対しては約 0.7 nm/min であり、自然酸化膜に対しては約 0.05 nm/min である。つまり、水素によるシリコン単結晶基板のエッチング速度は、自然酸化膜のエッチング速度の約 14 倍である。この時、シリコン単結晶 11 の表面が一端露出するとその部分が自然酸化膜 12 に対するエッチング速度の約 14 倍の速さでエッチングされるので、自然酸化膜 12 のわずかなエッチングムラが増幅された形で凹凸 14 が形成される。そして、この凹凸 14 がマイクロラフネスの発生原因となる。

【0014】つまり、従来のように、自然酸化膜に対する水素のエッチングムラが基板表面上で増幅されやすい例えば 900℃ 付近の温度で、シリコン単結晶基板を水素雰囲気内の反応容器に搬入すると、昇温開始時に 900℃ 付近の温度で保持される時間が必然的に長くなるので、マイクロラフネスの発生を確実に抑制することはできなかった。

【0015】一方 1100℃ 付近では、自然酸化膜に対する水素のエッチング能力が 900℃ 付近のほぼ 20 倍の約 1 nm/min になり、また、シリコン単結晶基板に対するエッチング速度ともほぼ等しくなる。

【0016】そこで、シリコン単結晶基板を 800℃ ないし 900℃ 付近では不活性ガス雰囲気内で昇温して自然酸化膜が除去されないようにし、前記シリコン単結晶基板の表面上に形成された自然酸化膜を水素ガスでエッチング除去するのに適した温度、例えば 1100℃ 付近で初めて水素ガスを導入して水素ガスをシリコン単結晶基板に接触させる。すると、シリコン単結晶基板主表面の自然酸化膜は全面で短時間に除去される。1100℃ 付近では、水素ガスのエッチング能力が自然酸化膜とシリコン単結晶基板とでほぼ等しいので、図 7 (a) に示すように自然酸化膜に対するエッチングムラが基板表面

上で増幅されず、マイクロラフネスの発生を確実に抑制することが可能である。

【0017】

【実施例】以下、本発明の実施例について、図面を参照しながら説明する。

実施例 1

図 1 は、本発明の気相成長方法によるシリコン単結晶薄膜の製造工程を示している。本実施例においては、図 2 に示すようなコールドウォール式の気相成長装置を使用して、シリコン単結晶基板 1 (以下、「基板 1」という。) の表面にシリコン単結晶薄膜 2 (以下、「薄膜 2」という。) を気相成長させた。

【0018】前記気相成長装置は、図 2 に示すように、透明な石英ガラス製の反応容器 3 と、該反応容器 3 の外側に設置された赤外線加熱灯 4 と、気相成長に使用するガス 8 のガス導入口 5 と、ガス排出口 6 と、基板搬送口 7 とを有する水平型の枚葉式気相成長装置である。

【0019】薄膜 2 の製造を行うには、まず、基板 1 を窒素雰囲気内の図示しない前室より基板搬送口 7 を通して約 700℃ に冷却された反応容器 3 内に搬入し、該反応容器 3 内に基板 1 を水平に載置する。前記反応容器 3 内は前もってアルゴンガスで置換されており、前記基板 1 が前記反応容器 3 内に載置されると同時に昇温を開始する。

【0020】基板 1 及び薄膜 2 の表面状態を損なわないためには、1100℃ 付近に昇温するまで前記反応容器 3 内をアルゴンガス雰囲気に保つことが望ましい。しかし、水素ガスに比べて高価なアルゴンガスを大量に使用することはコストの点で問題である。

【0021】そこで、アルゴンガス雰囲気内で昇温中に、900℃、1000℃、1100℃ において前記反応容器 3 内を水素ガス雰囲気に置換して、マイクロラフネスの発生状況を比較し、前記反応容器 3 内を昇温中にアルゴンガス雰囲気に保つことが必要な温度を実験により求めた。

【0022】まず、前記反応容器 3 内に基板 1 を搬入終了後直ちに昇温を開始し、各温度条件までアルゴンガス雰囲気内で昇温させた。続いて、前記反応容器 3 内を水素ガス雰囲気に置換した。本実験においては、マイクロラフネスの発生状態を正確に把握するために、各温度条件で 3 分間保持してマイクロラフネスがより発生しやすい条件を設定した。

【0023】次に、水素ガス雰囲気内で基板 1 を 1100℃ で 2 分間保持して自然酸化膜を完全に除去した後、トリクロロシランを原料ガスとして、成長温度 1100℃、成長時間 2 分で、約 6 μm の厚さの薄膜 2 を成長させた。

【0024】本実験の結果成長した薄膜 2 の表面を原子間力顕微鏡で観察したのが図 3 ないし図 5 のグラフである。図 3 のグラフから、900℃ で前記反応容器 3 内を

5

水素ガス雰囲気中に置換した場合には、基板1が深くまでエッチングされてマイクロラフネスが特に大きいことが把握された。これに対して、1000℃及び1100℃においては、図4および図5に示すように、基板1の表面がエッチングされる様子は殆ど観察されなかった。

【0025】本実験結果をもとにさらに検討を加えた結果、前記反応容器3内を800℃以上900℃付近の温度で水素ガス雰囲気中に置換すると、マイクロラフネスが発生することがわかった。また、不活性ガス雰囲気から水素ガス雰囲気へ変わる温度は、水素ガスによる自然酸化膜に対するエッチング速度がシリコン単結晶に対するエッチング速度の1/10以上となる950℃以上であれば、マイクロラフネスの発生が確実に抑制されることがわかった。しかし、シリコン単結晶基板の温度が1190℃より高くなると、オートドーブ現象やスリップなどの弊害のほうが無視できなくなるほど大きくなるので、好ましくない。

【0026】本実施例においては、不活性ガスとしてアルゴンガスを用いたが、不活性ガスとしてヘリウム、ネオン、クリプトン、キセノンのいずれか一種又は、これらから任意を選んで調製した希ガスを使用することができる。また、不活性ガスとして窒素を用いることも可能であるが、高温で窒化物を形成するので注意が必要である。

【0027】

【発明の効果】以上の説明で明らかなように、本発明の気相成長方法によれば、シリコン単結晶基板を800℃ないし900℃付近では不活性ガス雰囲気内で昇温して自然酸化膜がムラにエッチングされないようにするので、マイクロラフネスを伴わない平坦な表面状態のエピウェーハを確実に製造することができる。また、塩化水素ガスを用いることにより発生していた金属汚染やオー

6

トドーブの問題も抑制することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の実施例を示す工程説明図である。

【図2】第1の実施例で使用した気相成長装置の説明図である。

【図3】昇温中の反応容器内を900℃でアルゴンガス雰囲気から水素ガス雰囲気に変えた場合のマイクロラフネスのレベルを示すグラフである。

【図4】昇温中の反応容器内を1000℃でアルゴンガス雰囲気から水素ガス雰囲気に変えた場合のマイクロラフネスのレベルを示すグラフである。

【図5】昇温中の反応容器内を1100℃でアルゴンガス雰囲気から水素ガス雰囲気に変えた場合のマイクロラフネスのレベルを示すグラフである。

【図6】従来の気相成長方法を示す工程説明図である。

【図7】自然酸化膜とシリコン単結晶基板が水素ガスでエッチング除去される様子を示す概略説明図である。

(a) 1100℃付近でのエッチング。

(b) 900℃付近でのエッチング。

【符号の説明】

1 基板またはシリコン単結晶基板

2 薄膜またはシリコン単結晶薄膜

3 反応容器

4 赤外線加熱灯

5 ガス導入口

6 ガス排出口

7 基板搬送口

8 ガス

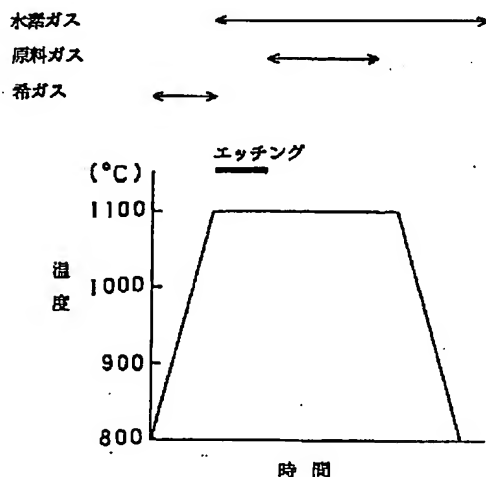
11 シリコン単結晶基板

12 自然酸化膜

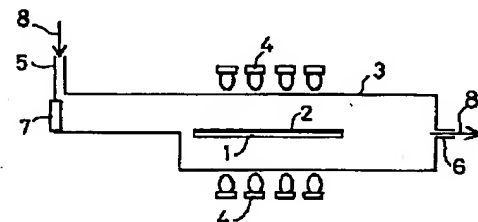
13 自然酸化膜が完全に除去された部分

14 凹凸

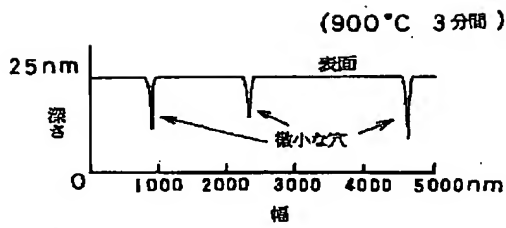
【図1】



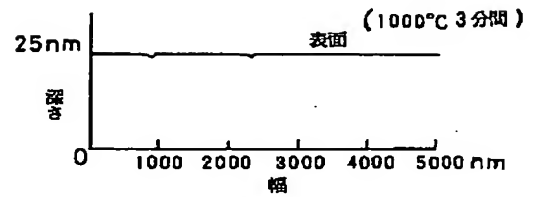
【図2】



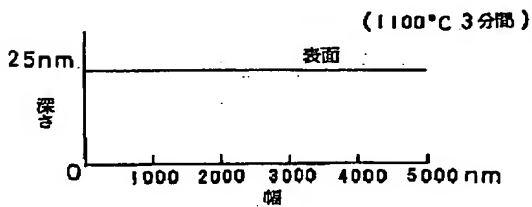
【図3】



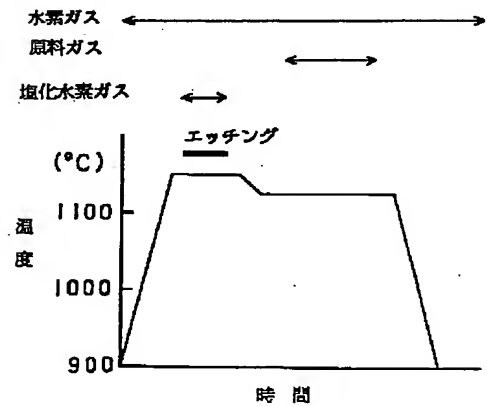
【図4】



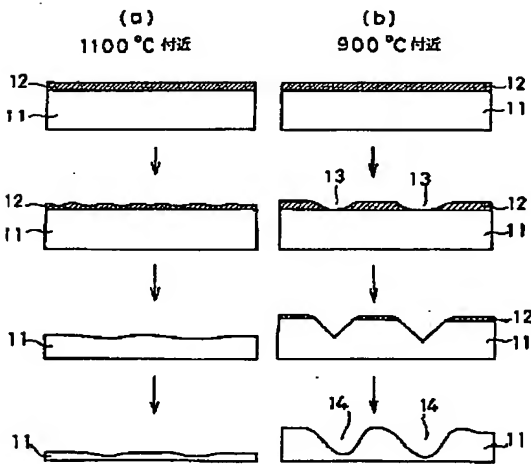
【図5】



【図6】



【図7】



フロントページの続き

(72)発明者 角田 均  
 福島県西白河郡西郷村大字小田倉字大平  
 150番地 信越半導体株式会社半導体白河  
 研究所内

(72)発明者 片山 正健  
 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越半  
 導体株式会社半導体磯部研究所内